

PCT

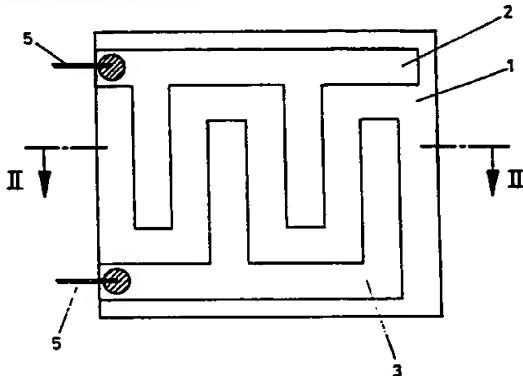
WELTOORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Internationales Büro

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICH NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)



(51) Internationale Patentklassifikation 5 : <b>G01N 27/12</b>		A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: <b>WO 91/03734</b> (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: <b>21. März 1991 (21.03.91)</b>
<p>(21) Internationales Aktenzeichen: <b>PCT/AT90/00084</b></p> <p>(22) Internationales Anmeldedatum: <b>29. August 1990 (29.08.90)</b></p> <p>(30) Prioritätsdaten: A 2033/89 29. August 1989 (29.08.89) AT A 571/90 9. März 1990 (09.03.90) AT</p> <p>(71) Anmelder (<i>für alle Bestimmungsstaaten ausser US</i>): AT &amp; S AUSTRIA TECHNOLOGIE &amp; SYSTEM TECHNIK GESELLSCHAFT M.B.H. [AT/AT]; Fabrikgasse 13, A-8700 Leoben (AT). LENZING AKTIENGESELLSCHAFT [AT/AT]; Werkstraße 2-4, A-4860 Lenzing (AT).</p> <p>(72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (<i>nur für US</i>): MITTER, Helmut [AT/AT]; Waldsiedlung 12, A-4202 Hellmansödt (AT). SCHARIZER, Walter [AT/AT]; Haid 51, A-4210 Gallneukirchen (AT). SÖLLRADL, Herbert [AT/DE]; Forststraße 27, D-8261 Emmerting (DE). ROSSAK, Norbert [AT/AT]; Weisern 22, A-4872 Neukirchen a.d. Vöckla (AT).</p>		<p>(74) Anwälte: KRETSCHMER, Adolf usw. ; Schottengasse 3a, A-1014 Wien (AT).</p> <p>(81) Bestimmungsstaaten: AT (europäisches Patent), BE (europäisches Patent), CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent)*, DK (europäisches Patent), ES (europäisches Patent), FI, FR (europäisches Patent), GB (europäisches Patent), IT (europäisches Patent), JP, LU (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäisches Patent), US.</p> <p>Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i></p>	
<p>(54) Title: USE OF A SWELLABLE PLASTIC AND PROCESS FOR MAKING A RESISTIVE MOISTURE SENSOR</p> <p>(54) Bezeichnung: VERWENDUNG EINES QUELLFÄHIGEN KUNSTSTOFFES, SOWIE VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES RESISTIVEN FEUCHTIGKEITSSENSORS</p> <p>(57) Abstract</p> <p>The use of a swellable plastic in which additives like carbon, metal particles or the like are dispersed is proposed for the manufacture of a resistive moisture sensor. In a process for making such a resistive moisture sensor, swellable plastics, especially polyimides and/or copolyimides, are dissolved in a polar solvent like N-methyl pyrrolidone, whereafter conductivity additives like soot are dispersed in the solution and uniformly distributed and then the solution is applied to an inert substrate (1) and dried.</p> <p>(57) Zusammenfassung</p> <p>Zur Herstellung eines resistiven Feuchtigkeitssensors wird die Verwendung eines quellfähigen Kunststoffes, in welchem zur Verbesserung der Leitfähigkeit Zusätze, wie Kohlenstoff, Metallstaub od.dgl., dispergiert sind, vorgeschlagen. Bei einem Verfahren zur Herstellung eines derartigen resistiven Feuchtigkeitssensors werden quellfähige Kunststoffe, insbesondere Polyimide und/oder Copolyimide, in einem polaren Lösungsmittel, wie z.B. N-Methylpyrrolidon, gelöst, worauf Leitfähigkeitszusätze, wie z.B. Ruß, in der Lösung dispergiert und homogen verteilt werden und anschließend die Lösung auf einen inerten Träger (1) aufgebracht und getrocknet wird.</p>			



## BENENNUNGEN VON "DE"

Bis auf weiteres hat jede Benennung von "DE" in einer internationalen Anmeldung, deren internationaler Anmeldetag vor dem 3. Oktober 1990 liegt, Wirkung im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland mit Ausnahme des Gebietes der früheren DDR.

### LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	ES	Spanien	MG	Madagaskar
AU	Australien	FI	Finnland	ML	Malta
BB	Barbados	FR	Frankreich	MR	Mauritanien
BE	Belgien	GA	Gabon	MW	Malawi
BF	Burkina Fasso	GB	Vereinigtes Königreich	NL	Niederlande
BG	Bulgarien	GR	Griechenland	NO	Norwegen
BJ	Benin	HU	Ungarn	PL	Polen
BR	Brasilien	IT	Italien	RO	Rumänien
CA	Kanada	JP	Japan	SD	Sudan
CP	Zentrale Afrikanische Republik	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CG	Kongo	KR	Republik Korea	SN	Senegal
CH	Schweiz	LI	Liechtenstein	SU	Soviet Union
CM	Kamerun	LK	Sri Lanka	TD	Tschad
DE	Deutschland	LU	Luxemburg	TG	Togo
DK	Dänemark	MC	Monac	US	Vereinigte Staaten von Amerika

- 1 -

Verwendung eines quellfähigen Kunststoffes, sowie Verfahren  
zur Herstellung eines resistiven Feuchtigkeitssensors

Die Erfindung bezieht sich auf die Verwendung eines quell-  
5 fähigen Kunststoffes, in welchem zur Verbesserung der Leit-  
fähigkeit Zusätze, wie Kohlenstoff, z.B. Ruß, Metallstaub  
od.dgl., dispergiert sind, zur Herstellung eines resistiven  
Feuchtigkeitssensors, sowie ein Verfahren zur Herstellung  
eines derartigen resistiven Feuchtigkeitssensors.

10

Resistive Feuchtigkeitssensoren, d.h. Feuchtesensoren, die  
einen elektrischen Widerstand in Abhängigkeit von der Luft-  
feuchtigkeit ändern, sind mit Metall- oder Halbleiteroxiden  
als feuchtigkeitsempfindlichem Material bekannt. Die ge-  
15 nannten feuchtigkeitsempfindlichen Materialien kommen haupt-  
sächlich in Form von Sinterkörpern, Keramik, Folien, ge-  
brannten Dickschichtpasten und chemisch abgeschiedenen  
Belägen zur Anwendung. Derartige Feuchtigkeitssensoren  
zeichnen sich in den genannten Ausführungsformen durch hohe  
20 Empfindlichkeit, d.h. hohe Widerstandsänderung bei Änderung  
der Feuchtigkeit aus, sind aber nur in geringem Ausmaß stabil  
und weisen ein relativ trüges Ansprechverhalten und insbes-  
ondere lange Ansprechzeiten auf. Da das feuchtigkeits-  
aufnehmende Volumen derartiger Sensoren verhältnismäßig groß  
25 ist, lässt sich die trüge Ansprechcharakteristik verstehen.

Metall- oder Halbleiteroxid-Feuchtigkeitssensoren weisen  
darüberhinaus im allgemeinen eine stark nicht-lineare Wider-  
stands-Feuchtigkeits-Charakteristik sowie relativ große  
30 Widerstände auf, was den Aufwand in der Auswerteelektronik  
erhöht. Sensoren der eingangs genannten Art sind beispiels-  
weise aus der DE-PS 16 98 096, DE-OS 27 28 092, der DE-OS  
30 24 297, der US-PS 3 453 143 und der DE-AS 29 38 434 zu  
entnehmen.

- 2 -

Die Erfindung zielt nun darauf ab, einen resistiven Feuchte-sensor zur Verfügung zu stellen, welcher in einfacher Weise herstellbar ist und sich durch gute Linearität der Widerstands-Feuchte-Charakteristik, sowie ein für die Auswertung 5 besonders geeignetes Widerstandsniveau auszeichnet. Erfindungsgemäß wird hiezu vorgeschlagen, einen quellfähigen Kunststoff, in welchem zur Verbesserung der Leitfähigkeit Zusätze wie Kohlenstoff, Metallstaub od.dgl., dispergiert sind, zur Herstellung eines resistiven Feuchtigkeitssensors 10 zu verwenden. Quellfähige Kunststoffe, wie beispielsweise Polyimide, sind im Zusammenhang mit kapazitiven Feuchtigkeitssensoren bereits vorgeschlagen worden. Daß sich quellfähige Kunststoffe mit entsprechenden, die Leitfähigkeit erhöhenden Zusätzen für die Herstellung von resistiven 15 Feuchtigkeitssensoren eignen, lag in keiner Weise nahe. Der Mechanismus für die Funktion eines derartigen quellfähigen Kunststoffes als Matrix für die Leitfähigkeit erhöhende Zusätze zur Herstellung eines resistiven Feuchtigkeitssensors ist keineswegs vollständig geklärt. Die überraschend als 20 relativ linear beobachtete Widerstands-Feuchtigkeits-Charakteristik wird darauf zurückgeführt, daß durch das Quellen des quellfähigen Kunststoffes bei zunehmender Feuchtigkeit der relative Abstand der die Leitfähigkeit erhöhenden Zusätze vergrößert wird, so daß eine positive Widerstandsänderung mit 25 steigender Feuchte beobachtet wird. Die Verwendung einer Polymermatrix aus quellfähigem Kunststoff hat hiebei den Vorteil, daß mit relativ dünnen Schichten gearbeitet werden kann, wodurch die Ansprechgeschwindigkeit wesentlich gesteigert werden kann, wobei die Tatsache, daß die Grund- 30 leitfähigkeit durch Zusätze, wie Kohlenstoff, z.B. Ruß, Metallstaub od.dgl., erzielt wird, die Möglichkeit bietet, resistive Feuchtigkeitssensoren mit für nachgeschaltete Auswerteelektroniken günstigen Widerstandswerten zu erzeugen, wobei der Widerstandswert in weiten Grenzen einstellbar ist. 35 Überraschend ist vor allem neben der im wesentlichen linearen positiven Widerstandscharakteristik die hohe Ansprech-

- 3 -

geschwindigkeit, welche eine deutliche Verbesserung bei besonders einfacher Herstellung des Feuchtigkeitssensors mit sich bringt. Mit Vorteil werden für die Herstellung derartiger resistiver Feuchtigkeitssensoren als quellfähiger 5 Kunststoff Polyimide, Copolyimide, Aramide, Polyamide, Polyacrylate, Polymethacrylate, Polycarbonate, Polysulfone oder Polyethylen eingesetzt, wobei in bevorzugter Weise als Leitfähigkeitszusätze bis zu 50 Gew.-% Graphit oder 3 bis 10 15 Gew.-% Ruß mit einer spezifischen Oberfläche von mehr als 100 m<sup>2</sup>/g, insbesondere etwa 1000 m<sup>2</sup>/g eingesetzt werden. Ein hohes Maß an Stabilität und eine hohe Linearität der Widerstands-Feuchtigkeitscharakteristik lässt sich dadurch erreichen, daß die Leitfähigkeitszusätze mit Dispergiermitteln, wie z.B. Siloxanen, eingebracht werden und eine maximale 15 Teilchengröße von 25 µm aufweisen.

Prinzipiell kann ein derartiger quellfähiger Kunststoff in konventioneller Weise auf ein entsprechendes isolierendes Trägermaterial aufgebracht werden, um die mechanische Stabilität sicherzustellen. Die Sensormasse kann hiebei nach dem 20 homogenen Einbringen von Leitfähigkeitszusätzen durch Schleudern, Tauchen oder Sprühen oder auch Streichen, Drücken od.dgl. aufgebracht werden, wobei insbesondere im Falle der bevorzugten Verwendung von Polyimiden als quellfähigem 25 Kunststoff ein besonders vorteilhaftes Verfahren zur Herstellung eines derartigen resistiven Feuchtigkeitssensors im wesentlichen darin besteht, daß quellfähige Kunststoffe, insbesondere Polyimide und/oder Copolyimide in einem polaren Lösungsmittel, wie z.B. N-Methylpyrrolidon, gelöst werden, 30 daß hierauf Leitfähigkeitszusätze, wie z.B. Ruß, in der Lösung dispergiert und homogen verteilt werden, und daß anschließend die Lösung auf einen inerten Träger aufgebracht wird und anschließend getrocknet wird. Für die Lösung von Polyimiden und/oder Copolyimiden in polaren Lösungsmitteln 35 können hiebei auch bereits vollständig imidisierte Materialien Verwendung finden, wodurch sich besonders homogene und

- 4 -

entsprechend dünne Schichten mit entsprechend großer Ansprechgeschwindigkeit erzielen lassen. Die Verwendung polarer Lösungsmittel, welche durch Trocknen entfernt werden können, erlaubt es in einfacher Weise, homogene und dünne Schichten 5 aus quellfähigen Kunststoffen mit den zuvor eingebrachten, die Leitfähigkeit erhöhenden Zusätzen auf einen mechanisch stabilen, inerten Träger aufzubringen. Als isolierendes Trägermaterial kann hiebei in konventioneller Weise Glas, Keramik, oxidierte Silizium-Wafer od.dgl., eingesetzt werden, 10 wobei die Verwendung von Polyimiden in vollständig imidisier-tem Zustand in einem polaren Lösungsmittel beliebige Schicht-stärken mit vollständiger Homogenität erzielen lässt, da beim nachfolgenden Entfernen, insbesondere Abdampfen des Lösungsmittels, keine chemische Reaktion in der Beschichtung abläuft 15 und dadurch die Gefahr der Ausbildung von Inhomogenitäten in der Oberfläche vermieden wird. Auf diese Weise lassen sich auch bei extrem kleinen Schichtstärken reproduzierbare Widerstandswerte einstellen. Mit Vorteil wird erfindungsgemäß für die Trocknung so vorgegangen, daß die Trocknung in 20 wenigstens zwei Stufen vorgenommen wird, wobei in der ersten Stufe bei Temperaturen zwischen 80° und 140°C, insbesondere 120°C, und in jeder weiteren Stufe bei einer um 50 bis 80°C erhöhten Temperatur getrocknet wird, wodurch eine homogene und glatte Oberfläche erzielt wird, welche ein reproduzier- 25 bares Ansprechverhalten bei im wesentlichen gleichbleibender Grundeinstellung des Widerstandswertes erzielen lässt. Im Falle von resistiven Feuchtigkeitssensoren entfällt die für kapazitive Sensoren erforderliche, feuchtigkeitsdurchlässige Deckelektrode, so daß vergleichsweise besonders kurze An- 30 sprechzeiten möglich werden. Als polares Lösungsmittel kann im Falle von Polyimiden mit Vorteil Dimethylformamid, Dimethylacetamid, Dimethylsulfoxid, N-Methylpyrrolidon oder Sulfolan verwendet werden, wobei eine vollständige Lösung in einem derartigen polaren Lösungsmittel dann sichergestellt 35 werden kann, wenn als Polyimid ein Copolymeres aus 3,3',4,4'--Benzophenontetracarbonsäuredianhydrid und 60 bis 100 Mol.-%

- 5 -

Toluylendiamin (2,4- und/oder 2,6-Isomeres) oder Toluylendiisocyanat (2,4- und/oder 2,6-Isomeres) und 0 bis 40 % Mol.-% 4,4-Methylenbis(phenylamin) oder 4,4'-Methylenbis-(phenylisocyanat) und insbesondere ein lineares Polyimid mit einem  
5 Gewichtsmittel von 30000 bis 300000 Einheiten und einem Zahlenmittel von 10000 bis 60000 eingesetzt wird. Ein derartiges lineares Polyimid kann aus der Lösung durch Tauchen, Sprühen oder Schleudern aufgebracht werden und es wird auf diese Weise sichergestellt, daß die aufgebrachte Schicht über  
10 die gesamte Fläche gleichmäßig dick und pinholefrei ist, wobei die Schichten mit bedeutend geringerer Dicke aufgebracht werden können, was insbesondere im Hinblick auf die Ansprechgeschwindigkeit von besonderer Bedeutung ist.  
  
15 Als lineares Polyimid mit besonders hoher Empfindlichkeit und gegenüber herkömmlichen Polyimidfilmen verbessertem Ansprechverhalten wurde ein Copolymer aus 3,3',4,4'-Benzophenontetracarbonsäuredianhydrid und 60 bis 100 Mol.-% Toluylendiamin (2,4- und/oder 2,6-Isomeres) oder Toluylendiisocyanat (2,4- und/oder 2,6-Isomeres) und 0 bis 40 % Mol.-% 4,4-Methylenbis(phenylamin) oder 4,4'-Methylenbis-(phenylisocyanat) aufgefunden. Die Verwendung eines derartigen Copolymers, insbesondere eines derartigen statistischen Copolymers mit einem Gewichtsmittel von 30000 bis 300000  
20 Einheiten und einem Zahlenmittel von 10000 bis 60000 Einheiten, zeichnet sich dadurch aus, daß es in den oben genannten stark polaren Lösungsmitteln ohne weiteres löslich ist, wobei die Haftung und insbesondere die Gefahr eines Ver-  
rutschens oder Ablösens der nach dem Trocknen ausgebildeten  
25 Polyimidschicht vom Trägermaterial mit Sicherheit dadurch verhindert werden kann, daß vor dem Auftragen der Polyimidschicht ein Haftvermittler, insbesondere organofunktionelle Silane mit einer oder mehreren funktionellen Endgruppen (so z.B. Aminopropyltriethoxysilan, Aminoethylaminopropyl-  
30 trimethoxysilan oder 3-Glycidoxypropyltriethoxysilan etc.), aufgebracht wird. Derartige organofunktionelle Silane sind  
35

- 6 -

einfach verarbeitbar und zeigen zu üblicherweise verwendeten Trägermaterialien, wie Glas, Keramik, Metall od.dgl., ebenso wie zu den für die Herstellung der feuchtigkeitsempfindlichen Schicht verwendeten linearen löslichen Polyimiden eine große 5 Affinität. Durch die gute Löslichkeit derartiger organofunktioneller Silane sowohl in wässrigen als auch nicht wässrigen Lösungsmitteln lassen sich insbesondere durch Tauchen, Sprühen oder Schleudern extrem dünne Schichten des Haftvermittlers auf dem Trägermaterial aufbringen, so daß die 10 Gesamtdicke des Sensors durch den Haftvermittler nur unwesentlich vergrößert wird.

Die vollständige Entfernung des polaren Lösungsmittels in mehreren Stufen in den angeführten Temperaturbereichen ergibt 15 eine dünne, homogene Polyimidschicht auf dem Träger und eine gleichmäßige Durchtrocknung des Polyimids über die gesamte Fläche und Tiefe des Bauteiles. Gleichzeitig wird mit einer derartigen Temperaturbehandlung überraschenderweise eine weitere Linearisierung der Widerstands-Feuchtigkeits-Charak-20 teristik erzielt, wobei mit Vorteil die maximale Trocknungs-temperatur kleiner 280°C, vorzugsweise mit etwa 260°C, gewählt wird.

Um den Aufwand für die nachfolgende Auswerteschaltung gering 25 zu halten, wird mit Vorteil der spezifische Widerstand des leitfähigen, quellfähigen Kunststoffes auf 0,5  $\Omega$  cm bis 50  $k\Omega$  cm, insbesondere 5  $\Omega$  cm bis 30  $k\Omega$  cm eingestellt.

Nach der auf diese Weise vorgenommenen Konditionierung des 30 Polymers durch Trocknung, Erstarrung bzw. gegebenenfalls Ausheilung können die zuvor am Träger vorgesehenen Anschlußkontakte mechanisch, mittels Laser oder durch Plasmaätzen freigelegt werden und der Sensor mit Anschlußdrähten kontaktiert werden.

- 7 -

Die Aufbringung der Polymermatrix kann hiebei unmittelbar auf den Träger oder gegebenenfalls unter Zwischenschaltung eines Haftvermittlers erfolgen, wobei für resistive Sensoren die Elektrodenstruktur auch anschließend über das Polymer durch 5 Aufdampfen oder Sputtern hergestellt werden kann und gegebenenfalls photolithographisch strukturiert werden kann. Bei einer derartigen Ausführung müssen die Anschlußkontakte nicht mehr vom Polymer befreit werden, so daß die Strukturierung des Polymers entfallen kann.

10

Die Erfindung wird nachfolgend an Hand von in der Zeichnung schematisch dargestellten Ausführungsbeispielen näher erläutert. In dieser zeigen: Fig.1 eine Draufsicht auf eine erste Ausbildungsform eines erfindungsgemäßen Feuchtesensors; 15 Fig.2 einen Schnitt nach der Linie II-II durch den Sensor der Fig.1, und Fig.3 eine abgewandelte Ausführungsform in einer zu Fig.2 analogen Darstellung.

In Fig.1, 2 und 3 ist mit 1 ein isolierender Träger be- 20 zeichnet, welcher beispielsweise aus Glas, Keramik, oxidiertem Silizium-Wafer oder anderen elektrisch isolierenden organischen oder anorganischen Trägermaterialien bestehen kann. Auf den gereinigten und getrockneten Träger 1 werden mittels eines Kathoden-Zerstäubungsverfahrens in einem Prozeß 25 zuerst eine Schicht NiCr mit einer Stärke von 200 nm und anschließend eine Schicht Au mit einer Schichtstärke von 150 nm aufgebracht. Diese NiCr-Au-Schicht wird daran anschließend in Form von ineinandergreifenden Kammelektroden 2 und 3 photolithographisch strukturiert.

30

Auf die gereinigte und getrocknete, gegebenenfalls mit einem Haftvermittler behandelte Oberfläche des mit den Elektroden 2 und 3 versehenen Substrats bzw. Trägers wird die Lösung eines im voll imidisierten Zustand noch in polaren Lösungsmitteln 35 löslichen Polyimids oder Copolyimids aufgebracht, welches durch Zugabe von etwa 6% Ruß, bezogen auf den Polyimidanteil

- 8 -

in der Lösung leitfähig gemacht wurde und anschließend getrocknet.

Die dünne Polymerschicht 4 wird anschließend über den Anschlußflächen der Elektrode entweder mechanisch oder durch Plasmaätzen oder mittels Laser entfernt, um ein Kontaktieren der Elektroden 2, 3 mit Anschlußdrähten 5 zu ermöglichen.

Für die durch Zusatz von Ruß oder Graphit leitfähig gemachte Polyimidschicht 4 wird ein lineares Copolymer aus 3,3',4,4'-Benzophenontetracarbonsäuredianhydrid und 60 bis 100 Mol.% Toluylendiamin (2,4- und/oder 2,6-Isomeres) oder Toluylendiisocyanat (2,4- und/oder 2,6-Isomeres) und 0 bis 40 % Mol.% 4,4'-Methylenbis(phenylamin) oder 4,4'-Methylenbis-(phenylisocyanat) in einem stark polaren Lösungsmittel wie beispielsweise Dimethylformamid, Dimethylacetamid, Dimethylsulfoxid, N-Methylpyrrolidon oder Sulfolan eingesetzt. Nach dem Aufbringen eines derartigen statistischen Copolymers mit einem Gewichtsmittel von 30000 bis 300000 Einheiten und einem Zahlenmittel von 10000 bis 60000 wurde das Polyimid bei Temperaturen von über 105°C bis maximal 280°C ansteigend getrocknet, wobei in drei Stufen getrocknet wurde und in jeder der drei Stufen die Temperatur gegenüber der zuvor herrschenden Temperatur um jeweils 50 bis 80°C erhöht wurde. Die Trocknung erfolgte beispielsweise bei 120°C, 190°C und 260°C. Das lineare Polyimid wurde aus der Lösung durch Tauchen, Sprühen oder Schleudern aufgebracht. Prinzipiell ist die Verarbeitung des linearen statistischen Copolyimids für die Herstellung der Polyimidschicht 4 direkt aus der bei der Polykondensation erhaltenen Lösung möglich. Ebenso kann aber das Polyimid zuvor ausgefällt, getrocknet und gelagert werden und erst bei Bedarf eine geeignete Lösung hergestellt werden.

Bei der Ausführungsform gemäß Fig.3 wird auf die gereinigte und getrocknete, gegebenenfalls mit einem Haftvermittler behandelte Oberfläche des Substrats bzw. Trägers 1 die mit

- 9 -

Ruß bzw. Graphit leitfähig gemachte Lösung des Polyimids wiederum durch Schleudern aufgebracht und in einem Umluftofen in drei Stufen bei etwa 120°C, 190°C und 260°C getrocknet.

5 Auf die so hergestellte leitfähige, dünne Polyimidschicht 4 wird nachfolgend mittels eines Zerstäubungsverfahrens in einem Prozeß zuerst eine Schicht NiCr mit einer Stärke von 200 nm und anschließend eine Schicht Au mit einer Schichtstärke von 150 nm aufgebracht. Diese NiCr-Au-Schicht wird 10 nachfolgend ebenfalls in Form von ineinandergreifenden Kammelektroden 2, 3 photolithographisch strukturiert und mit Anschlußdrähten kontaktiert.

Besonders geringe Schichtstärken und damit hohe Ansprech- 15 geschwindigkeit sind durch Schleudern und Drücken erhältlich, wobei ein Dickenbereich von 0,3 µm bis 10 µm, vorzugsweise 0,5 µm bis 2 µm, in Betracht kommt.

20

25

30

35

- 10 -

Patentansprüche:

1. Verwendung eines quellfähigen Kunststoffes, in welchem zur Verbesserung der Leitfähigkeit Zusätze, wie Kohlenstoff, Metallstaub od.dgl., dispergiert sind, zur Herstellung eines resistiven Feuchtigkeitssensors.
2. Verwendung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als quellfähiger Kunststoff Polyimide, Copolyimide, Aramide, Polyamide, Polyacrylate, Polymethacrylate, Polycarbonate, Polysulfone oder Polyethylen eingesetzt werden.
3. Verwendung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Leitfähigkeitszusätze bis zu 50 Gew.-% Graphit oder 3 bis 15 Gew.-% Ruß mit einer spezifischen Oberfläche von mehr als 100 m<sup>2</sup>/g, insbesondere etwa 1000 m<sup>2</sup>/g eingesetzt werden.
4. Verwendung nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Leitfähigkeitszusätze mit Dispergiermitteln, wie z.B. Siloxanen, eingebracht werden und eine maximale Teilchengröße von 25 µm aufweisen.
5. Verfahren zur Herstellung eines resistiven Feuchtigkeitssensors, dadurch gekennzeichnet, daß quellfähige Kunststoffe, insbesondere Polyimide und/oder Copolyimide in einem polaren Lösungsmittel, wie z.B. N-Methylpyrrolidon, gelöst werden, daß hierauf Leitfähigkeitszusätze, wie z.B. Ruß, in der Lösung dispergiert und homogen verteilt werden, und daß anschließend die Lösung auf einen inerten Träger (1) aufgebracht wird und anschließend getrocknet wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Trocknung in wenigstens zwei Stufen vorgenommen wird, wobei in der ersten Stufe bei Temperaturen zwischen 80° und 140°C, insbesondere 120°C, und in jeder weiteren Stufe bei einer um 50 bis 80°C erhöhten Temperatur getrocknet wird.

- 11 -

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die maximale Trocknungstemperatur kleiner 280°C, vorzugsweise etwa 260°C, gewählt wird.

5 8. Verfahren nach Anspruch 5, 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß der spezifische Widerstand des leitfähigen, quellfähigen Kunststoffes auf  $0,5 \Omega \text{ cm}$  bis  $50 \text{ k} \Omega \text{ cm}$ , insbesondere  $5 \Omega \text{ cm}$  bis  $30 \text{ k} \Omega \text{ cm}$ , eingestellt wird.

10

15

20

25

30

35

1/1

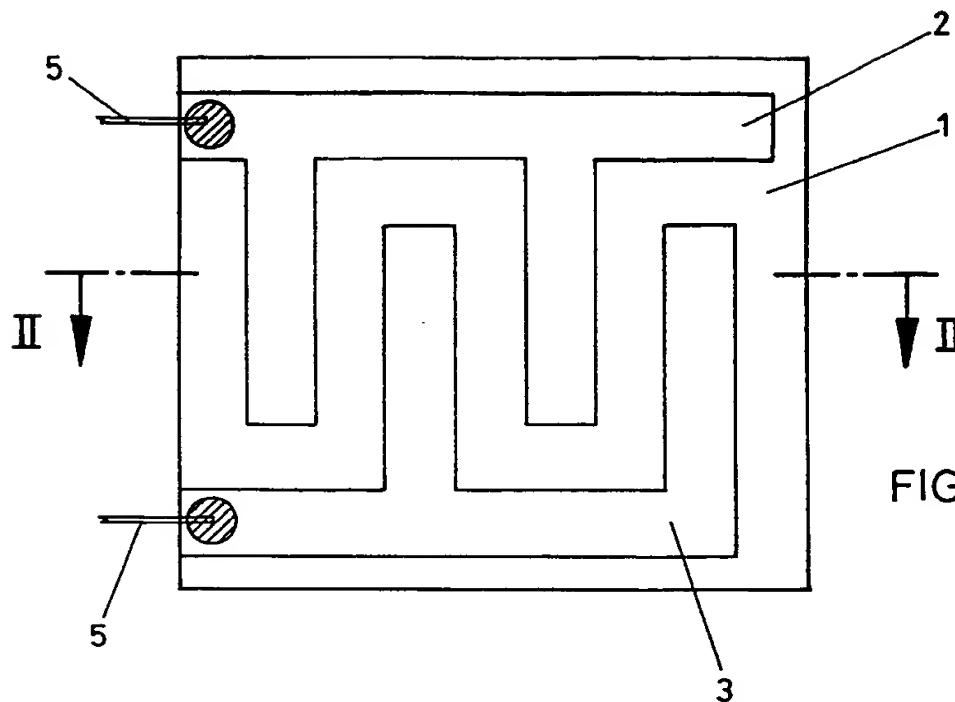


FIG. 1

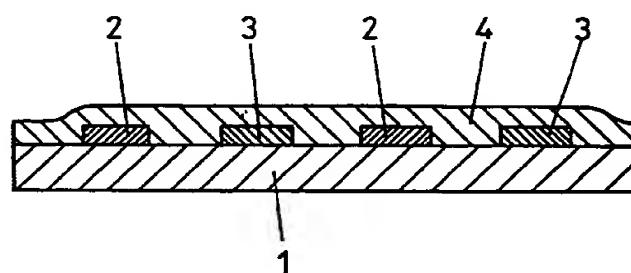


FIG. 2

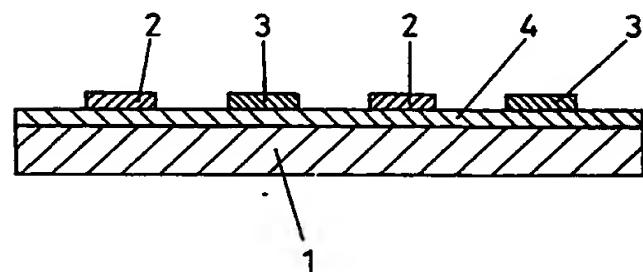


FIG. 3

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No. PCT/AT90/00084

## I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (if several classification symbols apply, indicate all)

According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC

Int.Cl.5

G01N 27/12

## II. FIELDS SEARCHED

Minimum Documentation Searched:

Classification System:	Classification Symbols
Int.Cl.5	G01N

Documentation Searched other than Minimum Documentation  
to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched:

## III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of Document, <sup>11</sup> with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to Claim No. <sup>12</sup>
X	US, A, 3848218 (WAKABAYASHI) 12 November 1974; see column 2, line 29- column 4, line 55; column 9, lines 13-34 abstract, figure 1	1,2
Y	---	5
A	---	3,4,6-8
X	GB, A, 1464605 (NIPPON SHEET GLASS CO.) 16 February 1977 see page 3, lines 40-90; page 4, lines 71-90; figures 1,2	1,2
A	---	3,5
Y	US, A, 4761710 (S.G.L. CHEN) 2 August 1988 see column 2, line 46- column 3, line 18 abstract, figures 1-3	5
A	---	2
A	US, A, 3582728 (P.E. THOMA) 1 June 1971 see column 2, lines 3-74; abstract; figures 1,2	1,2,5

<sup>11</sup> Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "S" document member of the same patent family

## IV. CERTIFICATION

Date of the Actual Completion of the International Search  
30 November 1990 (30.11.90)

Date of Mailing of this International Search Report

18 December 1990 (18.12.90)

International Searching Authority

Signature of Authorized Officer

European Patent Office

ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT  
ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.

AT 9000084  
SA 39953

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on 11/12/90. The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US-A- 3848218	12-11-74	JP-A, B, C49067685 CA-A- 989478 DE-A- 2347389 FR-A- 2199886 GB-A- 1445694 NL-A- 7312998	01-07-74 18-05-76 28-03-74 12-04-74 11-08-76 22-03-74
GB-A- 1464605	16-02-77	JP-A- 50098390 JP-A- 50101083 JP-A- 50126075 JP-A, B, C50038236 JP-A, B, C50075480 DE-A- 2439119 FR-A, B 2241070 US-A- 3983527	05-08-75 11-08-75 03-10-75 09-04-75 20-06-75 27-02-75 14-03-75 28-09-76
US-A- 4761710	02-08-88	None	
US-A- 3582728	01-06-71	DE-A, B, C 2010220 FR-A, B 2034689 GB-A- 1297014	17-09-70 11-12-70 22-11-72

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/AT 90/00084

I. KLASSEFIKATION DES ANMELDUNGSGEGENSTANDS (bei mehreren Klassifikationssymbolen sind alle anzugeben; <sup>5</sup> Nach der internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC)		
Int.CI <sup>5</sup>	G 01 N 27/12	
II. RECHERCHIERTE SACHGEBIETE		
Klassifikationssystem	Recherchierter Mindestpräzessstoff <sup>7</sup> Klassifikationssymbole	
Int.CI. <sup>5</sup>	G 01 N	
Recherchierte nicht zum Mindestpräzessstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Sachgebiete fallen <sup>3</sup>		
III. EINSCHLÄGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN <sup>9</sup>		
Art. <sup>10</sup>	Kennzeichnung der Veröffentlichung <sup>11</sup> , soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Zeile <sup>12</sup>	Betr. Anspruch Nr. <sup>13</sup>
X	US, A, 3848218 (WAKABAYASHI) 12. November 1974 siehe Spalte 2, Zeile 29 - Spalte 4, Zeile 55; Spalte 9, Zeilen 13-34; Zusammenfassung; Figur 1	1,2
Y	---	5
A	---	3,4,6-8
X	GB, A, 1464605 (NIPPON SHEET GLASS CO.) 16. Februar 1977 siehe Seite 3, Zeilen 40-90; Seite 4, Zeilen 71-90; Figuren 1,2	1,2
A	---	3,5
Y	US, A, 4761710 (S.G.L. CHEN) 2. August 1988 siehe Spalte 2, Zeile 46 - Spalte 3, Zeile 18; Zusammenfassung; Figuren 1-3	5
<p>* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen<sup>10</sup>:      "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist      "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist      "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)      "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht      "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist      "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als neu oder auf erfundensicherer Tätigkeit beruhend betrachtet werden      "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfundensicherer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist      "&amp;" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p>		
IV. BESCHEINIGUNG		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche		Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
30. November 1990		18. 12. 90
Internationale Recherchenbehörde		Unterschrift des bevollmächtigten Beauftragten
Europäisches Patentamt		H. Ballesteros <i>H. Ballesteros</i>

III. EINSCHLÄGIGE VERÖF <small>T</small> TLICHUNGEN (Fortsetzung von Blatt 2)		Betr. Anspruch Nr.
Art	Kennzeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Teile	
A	---	2
A	US, A, 3582728 (P.E. THOMA) 1. Juni 1971 siehe Spalte 2, Zeilen 3-74; Zusammenfassung; Figuren 1,2 -----	1,2,5

**ANHANG ZUM INTERNATIONALEN RECHERCHENBERICHT  
ÜBER DIE INTERNATIONALE PATENTANMELDUNG NR.**

AT 9000084  
SA 39953

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten internationalen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.  
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am 11/12/90.  
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US-A- 3848218	12-11-74	JP-A, B, C49067685 CA-A- 989478 DE-A- 2347389 FR-A- 2199886 GB-A- 1445694 NL-A- 7312998	01-07-74 18-05-76 28-03-74 12-04-74 11-08-76 22-03-74
GB-A- 1464605	16-02-77	JP-A- 50098390 JP-A- 50101083 JP-A- 50126075 JP-A, B, C50038236 JP-A, B, C50075480 DE-A- 2439119 FR-A, B 2241070 US-A- 3983527	05-08-75 11-08-75 03-10-75 09-04-75 20-06-75 27-02-75 14-03-75 28-09-76
US-A- 4761710	02-08-88	Keine	
US-A- 3582728	01-06-71	DE-A, B, C 2010220 FR-A, B 2034689 GB-A- 1297014	17-09-70 11-12-70 22-11-72